

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES  
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum  
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum  
4. Juli 2002 (04.07.2002)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer  
**WO 02/051606 A1**

(51) Internationale Patentklassifikation<sup>7</sup>: B29B 13/00, B01D 3/00, B01J 19/32

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP01/14818

(22) Internationales Anmeldedatum: 14. Dezember 2001 (14.12.2001)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:  
100 65 440.1 27. Dezember 2000 (27.12.2000) DE  
101 44 233.5 10. September 2001 (10.09.2001) DE

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US): BAYER AKTIENGESELLSCHAFT [DE/DE]; 51368 Leverkusen (DE).

(72) Erfinder; und  
(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): KOHLGRÜBER, Clemens [DE/DE]; Selbach 11, 51515 Kürten (DE). WEYRICH, Frank [DE/DE]; Wupperstr. 68, 51371 Leverkusen (DE).

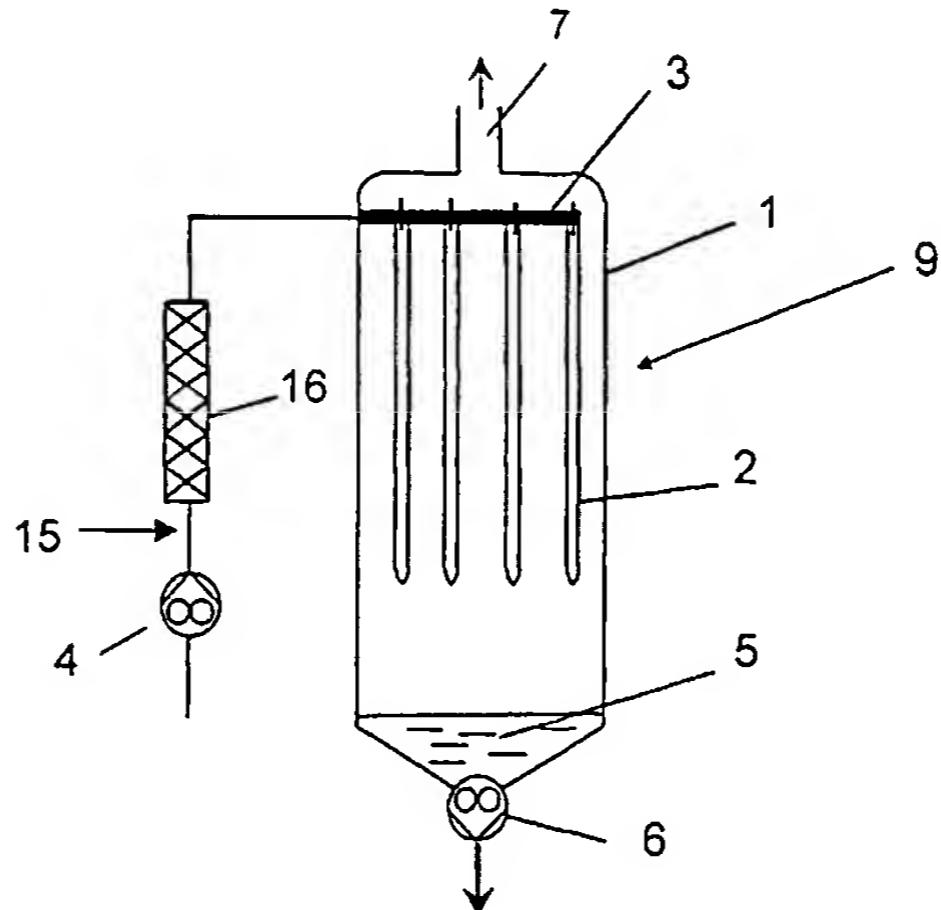
(74) Gemeinsamer Vertreter: BAYER AKTIENGESELLSCHAFT; 51368 Leverkusen (DE).

(81) Bestimmungsstaaten (national): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: DEVICE FOR CARRYING OUT MATERIAL EXCHANGE PROCESSES

(54) Bezeichnung: VORRICHTUNG ZUR DURCHFÜHRUNG VON STOFFAUSTAUSCHPROZESSEN



(57) Abstract: The invention relates to a device for carrying out material exchange processes for high-viscosity liquids, especially for evaporating and/or degasifying polymer melts. The inventive device consists of at least one vertical container (1) having a supply line (4) for the liquid to be treated, an outlet (7) for volatile constituents and an outlet (6) for the treated liquid. Said supply line (4) is provided with a distribution element (3) having a plurality of openings (8, 10) for distributing the high-viscosity liquid to be treated between a plurality of individual currents. Said distribution element is characterised in that essentially vertically arranged wire loops (2) are arranged near the openings (8, 10). The high-viscosity liquid flows over said wire loops under the effect of gravity.

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

WO 02/051606 A1



(84) **Bestimmungsstaaten (regional):** ARIPO-Patent (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR), OAPI-Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

— vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche geltenden Frist; Veröffentlichung wird wiederholt, falls Änderungen eintreffen

**Veröffentlicht:**

— mit internationalem Recherchenbericht

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

(57) **Zusammenfassung:** Es wird eine Vorrichtung zur Durchführung von Stoffaustauschprozessen bei hochviskosen Flüssigkeiten beschrieben, insbesondere zum Eindampfen und/oder Entgasen von Polymerschmelzen, bestehend wenigstens aus einem vertikal stehenden Behälter (1) mit einer Zuführung (4) für die zu behandelnde Flüssigkeit, einem Auslass (7) für flüchtige Komponenten und einem Auslass (6) für die behandelte Flüssigkeit, wobei die Zuführung (4) mit einem Verteilerorgan (3) mit einer Vielzahl von Öffnungen (8, 10) für die Aufteilung der zu behandelnden hochviskose Flüssigkeit in eine Vielzahl von Einzelströmen, dadurch gekennzeichnet, dass im Bereich der Öffnungen (8, 10) im wesentlichen vertikal angeordnete Drahtschlaufen (2) angebracht sind, an denen die hochviskose Flüssigkeit unter Wirkung der Schwerkraft abfließt.

Vorrichtung zur Durchführung von Stoffaustauschprozessen

Die Erfindung betrifft einen verfahrenstechnischen Apparat zur Durchführung von Stoffaustauschprozessen bei hochviskosen Flüssigkeiten, insbesondere zum Eindampfen und Entgasen von Polymerschmelzen. Der Apparat beruht im Wesentlichen auf einem vertikal stehenden Behälter, in dem die zu behandelnde hochviskose Flüssigkeit in eine Vielzahl von Einzelströmen aufgeteilt wird, die unter der Wirkung der Schwerkraft in den Sumpf des Behälters abfließen.

10

Wichtige Stoffaustauschprozesse bei Flüssigkeiten sind das Eindampfen und Entgasen von Lösungen, Dispersionen oder Schmelzen. Insbesondere bei der Herstellung von polymeren Kunststoffen tritt das Problem auf, niedermolekulare Stoffe z.B. Wasser oder Monomere aus der Kunststoffschmelze abzutrennen, da solche Stoffe einen nachteiligen Einfluss auf die Produktqualität haben oder z.T. sogar toxisch sind.

Zur Eindampfung von Polymerschmelzen werden nach dem Stand der Technik häufig Dünnschichtverdampfer eingesetzt, wie sie in den Schriften DE 3 310 676 A1, DE 4 328 013 A1 und US 3 630 689 beschrieben sind. Die Nachteile solcher Maschinen liegen in den relativ hohen Investitionskosten und vor allem im Verschleiß von rotierenden Teilen solcher Maschinen.

Bekannt sind ferner Strangverdampfer, bei denen die Polymerschmelze in einem vertikal stehenden Behälter mittels einer Düsenlochplatte in eine Vielzahl von Einzelsträngen bzw. -fäden zerteilt wird, die im freien Fall getrennt und parallel zueinander den Behälter von oben nach unten durchströmen und am Behälterboden wieder zusammengeführt werden. Die Polymerschmelze wird also am Kopf des Behälters in Stränge separiert, die sich im freien Fall unter dem Schwerkraffteinfluss verjüngen und am Boden des Behälters in den Schmelzesumpf eintauchen. Derartige Apparate sind in den Patentschriften US 2 719 776, US 5 024 728 und US 4 934 433 beschrie-

ben. Ein grundsätzlicher Nachteil der beschriebenen Apparate besteht darin, dass sich diese nur für Flüssigkeiten eignen, die nach dem Austritt aus der Düsenplatte ähnlich wie bei einem Spinnprozess selbstständig lange Fäden bilden. Ein weiterer Nachteil liegt darin, dass eine längere Verweilzeit im Entgasungsraum nur mit Hilfe einer sehr 5 langen Fallstrecke und dementsprechend großer Apparatebauhöhe realisiert werden kann.

Weiterhin wird in der Schrift CA 2 168 630 ein Verfahren zur Herstellung von Polycarbonat beschrieben, bei dem ein Gemisch von Monomeren und Präpolymer auf 10 eine Vielzahl von vertikal in einem Reaktor angeordneten Einzeldrähten verteilt wird, an denen entlang das Flüssigkeitsgemisch nach unten abläuft und dabei auspolymerisiert. Die Polymerisation findet also in einem dünnen, den Draht einhüllenden Flüssigkeitsstrang statt; d.h. durch die vertikal aufgespannten Drähte wird im Reaktor eine definierte Polymerisationszone vorgegeben. Über die Entgasung fertiger 15 Polymerlösungen wird in der Schrift nichts beschrieben.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, einen verfahrenstechnischen Apparat für Stoffaustauschprozesse zu entwickeln, der eine lange Produktverweilzeit im Gasraum unter Einhaltung eines möglichst engen Verweilzeitspektrums gewährleistet und 20 auch für hochviskose Flüssigkeiten geeignet ist, bei denen die Ausbildung von zusammenhängenden Strängen bzw. Fäden durch Schaum- oder Blasenbildung gestört oder verhindert wird.

Diese Aufgabe wird, ausgehend von der eingangs beschriebenen Vorrichtung mit 25 einem vertikal stehenden Behälter, erfindungsgemäß dadurch gelöst, dass an der Flüssigkeitszuführung in dem Behälter im wesentlichen parallel zur Vertikalebene nebeneinander Drahtschläufen angeordnet sind, an deren oberen Ende jeweils mindestens eine Flüssigkeitszuführung zur Einspeisung eines Teilstromes vorgesehen ist, der längs der Drahtschlaufe nach unten abfließt. "Parallel zur Vertikalebene" bedeutet 30 in diesem Fall, dass die Drahtschlaufenebene mit der Vertikalebene zusammenfällt, wobei jedoch geringe Abweichungen ohne weiteres toleriert werden können. Der

über die Drahtschlaufe abfließende Teilstrom bildet im Falle einer hochviskosen, nicht schäumenden Flüssigkeit eine Flüssigkeitslamelle und im Falle einer schäumenden Flüssigkeit eine dünne Schicht, die sich partiell oder ganz über die Drahtschlaufenebene erstreckt. In beiden Fällen wird die Flüssigkeit von der Drahtschlaufe begrenzt und geführt. Am oberen Ende der Drahtschlaufe wird die Flüssigkeit kontinuierlich zugeführt. Am unteren Ende tropft sie wieder ab. Die Drahtschlaufe bewirkt, dass die dünne Flüssigkeitschicht oder Lamelle im strömenden Zustand stabilisiert und aufrecht erhalten wird, wobei große Phasengrenzflächen für den Stoffaustausch bereit gestellt werden.

10

Gegenstand der Erfindung ist eine Vorrichtung zur Durchführung von Stoffaustauschprozessen bei hochviskosen Flüssigkeiten, insbesondere zum Eindampfen und/oder Entgasen von Polymerschmelzen, bestehend wenigstens aus einem vertikal stehenden Behälter mit einer Zuführung für die zu behandelnde Flüssigkeit, einem Auslass für flüchtige Komponenten und einem Auslass für die behandelte Flüssigkeit, wobei die Zuführung mit einem Verteilerorgan mit einer Vielzahl von Öffnungen für die Aufteilung der zu behandelnden hochviskosen Flüssigkeit in eine Vielzahl von Einzelströmen, dadurch gekennzeichnet, dass im Bereich der Öffnungen im wesentlichen vertikal angeordnete Drahtschlaufen angebracht sind, an denen die hochviskose Flüssigkeit unter Wirkung der Schwerkraft abfließt.

20 Die Drahtschlaufen können eine unterschiedliche Geometrie haben z.B. Quadrate, Rechtecke oder Dreiecke als Form bilden. Die Drahtschlaufen sind bevorzugt aus einem 0,5 bis 6 mm starken Stahldraht gebogen und haben je nach Anwendungsbereich bevorzugt eine Länge (Höhe) von 0,5 bis 4 m.

25 In einer bevorzugten Vorrichtung ist das Verteilerorgan eine Lochplatte.

30 Vorzugsweise weist das Verteilerorgan gemäß einer Variante mindestens ein horizontal angeordnetes Rohr auf, das nach unten und/oder nach oben (d.h. entgegen der

- 4 -

Fließrichtung der Flüssigkeit) gerichtete Öffnungen für den Austritt der hochviskosen Flüssigkeit hat.

5 Vorzugsweise sind die Drahtschlaufen zur verbesserten Reinigung im Bereich der Öffnungen im Verteilerorgan lösbar angebracht.

Besonders vorteilhaft ist eine Vorrichtung, bei der das Verteilerorgan aus mindestens einem horizontal angeordneten Rohr besteht, das schlitzförmige, nach oben gerichtete Öffnungen aufweist.

10

Die Verteilerrohre haben besonders bevorzugt einen Innendurchmesser von 10 – 100 mm. Die Schlitzweite der Öffnungen beträgt besonders bevorzugt 0,2 – 10 mm und die Schlitzlänge besonders bevorzugt 10 – 100 mm.

15

Einfacher Reinigen lässt sich auch eine weitere bevorzugte Variante der Vorrichtung, bei der das Verteilerorgan aus mindestens einem horizontal angeordneten Rohr besteht, das schlitzförmige, nach oben gerichtete Öffnungen aufweist, in die die Drahtschlaufen eingehängt sind.

20

Besonders bevorzugt ist eine Vorrichtung, in der jeweils zwei, drei oder mehr der Drahtschlaufen zu einem korbähnlichen Gitter oder Drahtgeflecht zusammengefasst sind.

25

Besondere Vorteile ergeben sich auch, wenn in einer bevorzugten Ausführung der Vorrichtung zwei oder mehr benachbarte Gitter oder Drahtgeflechte untereinander verbunden sind.

Zur weiteren Erhöhung der Stabilität können in einer besonders bevorzugten Ausführung der Vorrichtung die Drahtschlaufen zusätzlich am Behälterboden befestigt sein.

30

Die Drahtschlaufen können in einer bevorzugten Ausführung, insbesondere mittels elektrischer Widerstandsheizung, beheizbar sein.

5 Eine weitere bevorzugte Variante der Vorrichtung ist dadurch gekennzeichnet, dass die Verteilerorgane aus im Behälter vertikal angeordneten, in den Behälter einmündenden Wärmetauscherrohren mit Öffnungen gebildet werden, an deren unteren Ende die Drahtschlaufen befestigt sind.

10 Die von einer Drahtschlaufe eingeschlossene Fläche beträgt vorzugsweise  $0,5 \text{ cm}^2$  bis  $2500 \text{ cm}^2$ .

15 Eine andere bevorzugte Ausgestaltung der Vorrichtung ist dadurch gekennzeichnet, dass die Drahtschlaufen sich in Fließrichtung der Flüssigkeit verjüngen und insbesondere an ihrem unteren Ende mit einem spitzen Winkel abschließen.

20 Zum Zweck des verbesserten Wärmeaustausches ist in einer besonderen Ausbildung der Vorrichtung der Behälter beheizbar und/oder kühlbar ausgebildet. Insbesondere weist der Behälter eine Ummantelung für eine elektrische Heizung oder für die Durchleitung eines Wärmeträgermediums auf.

25 Eine weitere Alternative der Erfindung besteht darin, dass die Drahtschlaufen nicht an einem Verteilerrohr bzw. einer Verteilerplatte oder an den Wärmetauscherrohren wie oben beschrieben befestigt werden, sondern mittels einer entsprechenden Halterung am Behälterboden angebracht sind aber zu den Öffnungen der Verteilerrohre bzw. Verteilerplatte oder der vertikalen Wärmetauscherrohre führen.

Mit der Erfindung werden die nachfolgend dargestellten Vorteile gegenüber aus dem Stand der Technik bekannten Vorrichtungen erzielt:

30 Im Vergleich zu einem Strangverdampfer können im Gasraum erheblich größere Produktverweilzeiten erreicht werden.

Durch die Wahl der Geometrie der Drahtschlaufen (insbesondere Länge und Fläche!) kann die Verweilzeit darüber hinaus in weiten Grenzen variiert und an prozessspezifische Erfordernisse angepasst werden.

5

In der Schrift CA 2 168 630 werden vertikal angeordnete Drähte zur Verlängerung der Produktverweilzeit in einem Reaktor beschrieben. Ein Draht ist dabei einer oder mehreren Produktaustrittsöffnungen zugeordnet. Durch die treibende Schwerkraft läuft das Produkt an den vertikalen Drähten herunter. Durch die Produkthaftung an der Drahtoberfläche entstehen Schubspannungen, die insbesondere bei hochviskosen Produkten der Schwerkraft entgegenwirken. Dadurch kann die mittlere Produktverweilzeit gegenüber den frei fallenden Faden (wie beim Strangverdampfer) verlängert werden.

10

Gegenüber der Reaktor-Vorrichtung mit einfachem vertikalen Draht hat die erfindungsgemäße Vorrichtung mit Drahtschlaufe oder Drahtgeflecht, welches z.B. durch partielle oder vollständige Verbindungen der Drahtschlaufen entsteht, die zwangsläufig nicht durchgehend streng vertikal sind, verschiedene Vorteile:

15

Die Drahtschlaufen werden oft mit einem Polymerschaum beaufschlagt, der nicht gleichmäßig in den Entgasungsbehälter eintritt, vielmehr sind die einzelnen Produktöffnungen Durchsatzschwankungen unterworfen. Ein vertikaler Draht kann diese Produktpulsationen nur unwesentlich abfangen, wodurch die Produktqualität am Austrag ebenfalls erheblich schwankt. Eine einfache Drahtschlaufe vergleichmäßiggt diese Schwankungen in mehrfacher Hinsicht. Weiterhin sind die Produktverweilzeitverteilung und die mittlere Produktverweilzeit viel flexibler einstellbar. Die Vorteile sind im Einzelnen:

20

- Durch eine Anordnung, bei der mehr als ein vertikaler Drahtabschnitt eine Produktzufuhr erfährt, vergleichmäßiggt sich der Produktablauf an den Drähten durch die Lamellenwirkung.

- Durch eine Verjüngung der Drahtschlaufen (die nach unten zeigenden Drähte sind nicht genau vertikal ausgerichtet) können verschiedene Produkteintrittsöffnungen eine Drahtschlaufe mit Produkt benetzen. Dadurch ergibt sich eine erhebliche Vergleichmäßigung bei pulsierender Zufuhr aus den Einzelöffnungen (integral ist die Produktzufuhr in der Regel durch eine vorgeschaltete Pumpe konstant).  
5
- Durch die bevorzugten Querverbindungen der Drähte (quer zur Schwerkraft) entsteht ein zusätzlicher Strömungswiderstand für das Produkt (bekannt als Widerstandsbeiwert  $C_w$  oder Druckverlustbeiwert  $C_d$ ). Insbesondere durch ein quer zur Strömungsrichtung aufgespanntes Gitter mit einer bestimmten Packungsdichte ergeben sich Vorteile hinsichtlich einstellbarer Produktverweilzeit bezogen auf die Drahtoberfläche und der beschriebenen Vergleichmäßigung.  
10

15 Drahtgitter quer zum Produktzufluss können auch in mehreren Lagen übereinander liegend mehrfach eingesetzt werden, wodurch sich eine hohe Flexibilität zur Auslegung des gewünschten Strömungswiderstandes ergibt. Bei hochviskosen Produkten kann das Gitter meist grobmaschig sein. Das Gitter wirkt jedoch auch bei niederviskosen Flüssigkeiten, wenn die Packungsdichte der Drähte eng ist: Ein gebündelter Strahl, der zeitlich intermitierend senkrecht auf eine Siebfläche trifft, wird räumlich ausgedehnt und die Siebfläche mit näherungsweise konstanten Durchsatz verlassen.  
20

25 Durch die Vernetzung der Drahtschlaufen untereinander (Gitter) ergibt sich gegenüber der bekannten Vorrichtung mit einfachen hängenden Drähten außerdem eine wesentlich höhere mechanische Stabilität.

30 Besonders bevorzugt ist daher eine Vorrichtung die dadurch gekennzeichnet ist, dass unterhalb der Öffnungen zusätzlich ein oder mehrere übereinander im wesentlichen horizontal angeordnete Drahtgitter vorgesehen sind.

Weiter bevorzugt ist auch eine Variante der Vorrichtung, bei der die oberen Enden der Drahtschlaufen an unterschiedlichen insbesondere an entfernten, nicht direkt nebeneinander angeordneten Öffnungen angebracht sind.

5 Aufgrund der definierten Schichtströmung von hochviskosen Medien in den Drahtschlaufen wird ein enges Verweilzeitspektrum erreicht. Dies bedeutet, dass alle Flüssigkeitsvolumenelemente in dem Apparat annähernd denselben thermodynamischen Prozess durchlaufen. Dies hat eine höhere Gleichmäßigkeit bei der Produktqualität, insbesondere von thermisch empfindlichen Produkten zur Folge.

10

Für den Stoffaustausch wird im Gasraum gegenüber den bekannten Vorrichtungen eine große Phasengrenzfläche bereitgestellt.

15

Der erfindungsgemäße Apparat ist für die Entgasung sowohl von schäumenden und von nicht schäumenden Polymeren geeignet. Bei der Entgasung von schäumenden Polymeren können hinsichtlich der Entgasungseffektivität die Vorteile einer Dünnschichtentgasung mit den Vorteilen einer Schaumentgasung kombiniert werden.

20

Die Gesamtoberfläche der aus Metall bestehenden Drahtschlaufen ist vergleichsweise gering, so dass die Gefahr einer Produktschädigung durch unerwünschte chemische Reaktionen an den Metalloberflächen (z.B. Crack-prozesse) stark reduziert ist.

25

Der apparative Aufwand zur Realisierung der erfindungsgemäßen Vorrichtungen ist vergleichsweise gegenüber den bekannten Vorrichtungen geringer.

30

Hauptanwendungsgebiete der Erfindung sind, wie schon beschrieben, die Eindampfung und das Entgasen von hochviskosen Polymerschmelzen insbesondere in einem Viskositätsbereich von 0,01 - 40000 Pa.s, aber auch gezielte chemische Reaktionen zwischen der Flüssigkeitsschicht in der Drahtschlaufe und dem umgebenden Gasraum, der eine reaktive Gaskomponente enthält, sowie Kondensationsreaktionen.

Weiterer Gegenstand der Erfindung ist daher die Verwendung der erfindungsgemäß Vorrichtung zum Eindampfen und Entgasen von hochviskosen Flüssigkeiten, insbesondere zum Eindampfen und/oder Entgasen von Polymerlösungen oder -schmelzen, besonders bevorzugt von Polycarbonatlösungen oder -schmelzen, und die Verwendung zur Durchführung chemischer Reaktionen zwischen der Flüssigkeitsschicht in der Drahtschlaufe und dem umgebenden Gasraum, der eine reaktive Gaskomponente enthält, sowie für Kondensationsreaktionen.

Die Erfindung wird nachfolgend anhand der Figuren durch die Beispiele, welche 10 jedoch keine Beschränkung der Erfindung darstellen, weiter erläutert.

Es zeigen:

15 Figur 1 die prinzipielle Ausführung eines Stoffaustauschapparates mit eingebauten Drahtschläufen

Figur 2 ein Verteilerrohr mit Flüssigkeitsöffnungen und den Öffnungen zugeordneten Drahtschläufen

20 Figur 3a, b die Anordnung von Drahtschläufen an einer Düsenplatte in Längsschnitt (Figur 3a) und Querschnitt (Figur 3b)

Figur 4a, b eine Anordnung von Drahtschläufen in Längsschnitt (Figur 4a) und Querschnitt (Figur 4b) an vertikal stehenden Wärmeaustauscherrohren, wobei jedem Wärmetauscherrohr eine Drahtschlaufe zugeordnet ist

25 Figur 5a, b eine Anordnung von Drahtschläufen in Längsschnitt (Figur 5a) und Querschnitt (Figur 5b) an vertikal stehenden Wärmeaustauscherrohren, wobei jeweils zwei benachbarten Wärmetauscherrohren eine Drahtschlaufe zugeordnet ist

Figur 6a-6c verschiedene Ausführungen von aus Drahtschlaufen gebildeten korbähnlichen Strukturen

5      Figur 7      eine Anordnung von Drahtschlaufen an vertikal stehenden Wärmetauscherrohren, wobei die Drahtschlaufen ein Drahtgeflecht bilden

Figur 8      eine Anordnung von zwei zusätzlich angebrachten horizontalen Gittern

10     Figur 9      eine Anordnung von Drahtschlaufen an vertikal stehenden Wärmetauscherrohren, wobei die Enden der Drahtschlaufen entfernte Öffnungen miteinander verbinden

15     Figur 10a    die Anordnung gemäß Figur 9 schematisch von unten gesehen

Figur 10b    einen vergrößerten Ausschnitt der Figur 10a.

**Beispiele:****Beispiel 1**

5      Gemäß Figur 1 sind in einem vertikal stehenden Entgasungsbehälter 1 vier sich ebenfalls in vertikaler Richtung erstreckende Drahtschlaufen 2 angeordnet. Die Drahtschlaufen 2 sind an einem horizontal verlaufenden Verteilerorgan 3, das hier als Rohr ausgeführt ist, befestigt. Das Verteilerrohr 3 ist mit einer Produktzuführung 4 verbunden. Das entgaste Produkt wird am Sumpf 5 des Behälters 1 mit Hilfe einer Zahnradpumpe 6 ausgetragen. Die bei der Entgasung entstehenden Brüden werden durch den Stutzen 7 abgezogen. Über den Stutzen 7 kann in dem Behälter 1 ein vorgegebener verminderter Druck eingestellt werden. Der Behälter 1 kann mit elektrischer Heizung (nicht gezeigt) beheizt werden.

10     

15     Aus Figur 2 ist ersichtlich, wie die Drahtschlaufen 2 am Verteilerrohr 3 befestigt sind. Sie sind derart in schlitzförmige, an der oberen Hälfte des Verteilerrohrs 3 angebrachte Öffnungen 8 eingehängt, dass sich die schlitzförmige Öffnung 8 in Längsrichtung über die gesamte Breite der Drahtschlaufe erstreckt, so dass die Drahtschlaufe über ihre volle Breite mit einer zu entgasenden Produktflüssigkeit beaufschlagt wird. Die Schlitze 8 sind halbkreisförmig nach oben ausgerichtet, so dass die Produktflüssigkeit um die Rohre 3 herumfließen kann und die Rohrflächen von dem Produkt umspült werden. Ein Vorteil dieser Anordnung besteht darin, dass die Verweilzeit der Produktflüssigkeit erhöht wird. Eine weitere Erhöhung der Verweilzeit der Produktflüssigkeit kann durch eine Vergrößerung des Rohrdurchmessers erreicht werden. Gleichzeitig wird dadurch der Druckgradient im Rohr verringert und damit der Durchsatz in den schlitzförmigen Öffnungen 8 gleichmäßiger. Die Rohre 3 haben einen Innendurchmesser von 16 mm. Die Schlitzweite beträgt z.B. 3 mm und die Schlitzlänge ca. 27 mm. Die Drahtschlaufen 2 laufen an ihren unteren Enden über dem Sumpf spitz zu. In einer Variante sind die spitzen Enden benachbarter Drahtschlaufen 2 durch einen angeschweißten Draht 13 miteinander verbunden

20     

25     

30

Beispiel 2

In einer anderen Verdampferanordnung gemäß Figur 3 (Seitenansicht und Draufsicht) besteht das Verteilerorgan für die Zuführung der Produktflüssigkeit aus einer Düsenplatte 9 mit Öffnungen 10. Die Drahtschlaufen 2 sind an der Unterseite der Düsenplatte 9 befestigt, z.B. angeschweißt oder angelötet. Die Produktflüssigkeit wird über eine, den gesamten Querschnitt der Düsenplatte 9 abdeckende Zuleitung 11 zugeführt. Die Zuleitung 11 kann auch als Wärmetauscherrohr ausgeführt werden.

10

Beispiel 3

Das Verteilerorgan wie in den Beispielen 1 und 2 kann auch auf folgende Weise ausgebildet sein. Gemäß der Darstellung in Figur 4 und 5 wird die Produktflüssigkeit einer Drahtschlaufe 2 durch vertikal im Behälter 1 angeordnete Wärmetauscherrohre 12 zugeführt. Die Drahtschlaufen 2 sind bei der Ausführung nach Figur 4 jeweils am Austritt der Wärmetauscherrohre 12 angebracht; d.h. die Wärmetauscherrohre dienen in diesem Fall direkt als Halterung für die Drahtschlaufen 2. An ihrem unteren Ende sind die Drahtschlaufen 2 aus Stabilitätsgründen gitterförmig durch Querstege 13 verbunden (s.a. Draufsicht). Bei der Variante der Ausführung nach Figur 5 sind die Drahtschlaufen 2 dagegen jeweils an zwei benachbarten Wärmetauscherrohren 12 angebracht, so dass die Flüssigkeit jeweils über zwei Flüssigkeitszuführungen in eine Drahtschlaufe 2 eingespeist wird. Auch bei dieser Ausführung sind die spitz zulauenden Enden der Drahtschlaufen untereinander durch Querstege 13 verbunden.

25

Die Drahtschlaufen 2 sind in allen oben genannten Beispielen aus einem 1,5 mm starken Stahldraht gebogen und haben eine Länge (Höhe der Schlaufe) von 1,5 m. Besonders bewährt hat sich, wie in den Figuren dargestellt, eine Dreieck-ähnliche Form, wobei sich der Scheitel des Dreiecks am unteren Ende befindet; d.h. die Drahtschlaufe verjüngt sich von oben nach unten in der Fließrichtung der Flüssigkeit. Gemäß der Varianten die in den Figur 6a bis 6c und Figur 7 gezeigt sind, können die

Drahtschlaufen 2 auch so ausgestaltet werden, dass mehrere Drahtschlaufen 2 zu einer Korbstruktur 14 (Figur 6a bis 6c) oder Gitterstruktur (Figur 7) zusammengesetzt sind, die einen Halbraum einschließt. Zur Herstellung derartiger räumlicher Gebilde können auch Drahtgeflechte verwendet werden.

5

Im Betrieb wird der Mengenstrom der dem Apparat zugeführten Produktflüssigkeit (Zudosierung) so eingestellt, dass sich in der von einer Drahtschlaufe eingeschlossenen Fläche (Drahtschlaufenebene) eine definierte Schichtströmung ausbildet. Die am oberen Ende durch die Öffnungen 8 bzw. 10 im Verteilerorgan oder durch die Einzelrohre 12 zugeführte Flüssigkeit verteilt sich gleichmäßig über die Drahtschlaufenebene. Der Draht wirkt dabei als Begrenzung und strömungstechnisches Führungs-element. Es versteht sich, dass bei den Korbstrukturen gem. Figur 6a-6c die Produktflüssigkeit nur die Maschen und nicht den Innenraum der Korb- oder Gitterstruktur ausfüllt.

10

Am unteren Ende der Drahtschlaufe tropft die entgaste Produktflüssigkeit in den Sumpf am Behälterboden ab. Überraschenderweise bildet sich diese Schichtströmung (Filmströmung) auch bei einer schäumenden Polymerschmelze aus, so dass die verfahrenstechnischen Voraussetzungen für eine kombinierte Film- und Schaumentgasung gegeben sind, wodurch eine besonders hohe Entgasungseffektivität erzielt wird. Das Aufschäumen der Polymerschmelze im Entgasungsbehälter kann gezielt dadurch erreicht werden, dass der Gesamtdruck im Behälter unter den Dampfdruck der aus dem Polymer zu entfernenden flüchtigen Komponente abgesenkt wird. Eine weitere Möglichkeit zur Schaumbildung und zur Verbesserung der Entgasungseffektivität besteht darin, dass dem Polymer vor dem Eintritt in den Behälter Schleppmittel zugesetzt werden, die z.B. mit Hilfe eines statischen Mischers in die Schmelze eindispersiert werden.

15

20

25

**Beispiel 4**

Die Figuren 9, 10a und 10b beschreiben eine andere Anordnung des Verdampfers bei dem voneinander weiter entfernte vertikale Wärmetauscherrohre 12 an ihren Öffnungen mit den Enden der Drahtschlaufen verbunden sind. Hiermit wird bei der Behandlung von Polymeren der Produktfluss innerhalb des Verdampfers weiter gedämpft und Durchflusspulsationen werden ausgeglichen.

Bringt man unterhalb der Drahtschlaufen 2 noch zwei zusätzliche Gitter 15 an wie in Figur 8 dargestellt, erreicht man eine weitere Vergleichmäßigung des Produktflusses. Bei den gezeigten zur Mitte etwas durchhängenden Gitternetzen 15 wird zusätzlich eine gewisse Führung des Produktstromes zu einer Stelle direkt oberhalb des Produktaustrags 6 ermöglicht.

15

Patentansprüche

1. Vorrichtung zur Durchführung von Stoffaustauschprozessen bei hochviskosen Flüssigkeiten, insbesondere zum Eindampfen und/oder Entgasen von Polymeren, bestehend wenigstens aus einem vertikal stehenden Behälter (1) mit einer Zuführung (4) für die zu behandelnde Flüssigkeit, einem Auslass (7) für flüchtige Komponenten und einem Auslass (6) für die behandelte Flüssigkeit, wobei die Zuführung (4) mit einem Verteilerorgan (3) mit einer Vielzahl von Öffnungen (8, 10) für die Aufteilung der zu behandelnden hochviskosen Flüssigkeit in eine Vielzahl von Einzelströmen, dadurch gekennzeichnet, dass im Bereich der Öffnungen (8, 10) im wesentlichen vertikal angeordnete Drahtschlaufen (2) angebracht sind, an denen die hochviskose Flüssigkeit unter Wirkung der Schwerkraft abfließt.  
5
- 10 2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Verteilerorgan eine Lochplatte ist.
- 15 3. Vorrichtung nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass das Verteilerorgan (3) mindestens ein horizontal angeordnetes Rohr (3) aufweist, das nach unten und/oder nach oben gerichtete Öffnungen (8) aufweist.  
20
- 25 4. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Drahtschlaufen (2) im Bereich der Öffnungen (8, 10) im Verteilerorgan (3, 9) lösbar angebracht sind.
5. Vorrichtung nach Anspruch 3 oder 4, dadurch gekennzeichnet, dass das Verteilerorgan aus mindestens einem horizontal angeordneten Rohr (3) besteht, das schlitzförmige, nach oben gerichtete Öffnungen (8) aufweist.  
30
6. Vorrichtung nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass das Verteilerorgan aus mindestens einem horizontal angeordneten Rohr (3) besteht, das

schlitzförmige, nach oben gerichtete Öffnungen (8) aufweist, in die die Drahtschlaufen (2) eingehängt sind.

7. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass jeweils zwei, drei oder mehr der Drahtschlaufen (2) zu einem korbähnlichen Gitter (14) oder Drahtgeflecht zusammengefasst sind.
8. Vorrichtung nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, dass zwei oder mehr benachbarte Gitter (14) oder Drahtgeflechte untereinander verbunden sind.
9. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass die Drahtschlaufen (2) zusätzlich am Behälterboden befestigt sind.
10. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass die Drahtschlaufen insbesondere mittels elektrischer Widerstandsheizung beheizbar sind.
11. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass die Verteilerorgane (3, 9) aus im Behälter (1) vertikal angeordneten, in den Behälter (1) einmündenden Wärmetauscherrohren (12) mit Öffnungen (8) gebildet werden, an deren unteren Ende die Drahtschlaufen (2) befestigt sind.
12. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, dass die von einer Drahtschlaufe eingeschlossene Fläche  $0,5 \text{ cm}^2$  bis  $2500 \text{ cm}^2$  beträgt.
13. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet, dass die Drahtschlaufen (2) sich in Fließrichtung der Flüssigkeit verjüngen und insbesondere an ihrem unteren Ende mit einem spitzen Winkel abschließen.

14. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 13, dadurch gekennzeichnet, dass der Behälter (1) beheizbar und/oder kühlbar ausgebildet ist, insbesondere eine Umantelung für eine elektrische Heizung oder für die Durchleitung eines Wärmeträgermediums aufweist.

5

15. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 14, dadurch gekennzeichnet, dass die oberen Enden der Drahtschlaufen (2) an unterschiedlichen, insbesondere an entfernten nicht direkt nebeneinander angeordneten Öffnungen (8, 10) angebracht sind.

10

16. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 15, dadurch gekennzeichnet, dass unterhalb der Öffnungen (8, 10) zusätzlich ein oder mehrere übereinander im wesentlichen horizontal angeordnete Drahtgitter (15) vorgesehen sind.

15

17. Verwendung der Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 16 zum Eindampfen und Entgasen von hochviskosen Flüssigkeiten, insbesondere zum Eindampfen und/oder Entgasen von Polymerlösungen oder -schmelzen, besonders bevorzugt von Polycarbonatlösungen oder -schmelzen und die Verwendung zur Durchführung chemischer Reaktionen zwischen der Flüssigkeitsschicht in der Drahtschlaufe und dem umgebenden Gasraum, der eine reaktive Gaskomponente enthält, sowie für Kondensationsreaktionen.

20

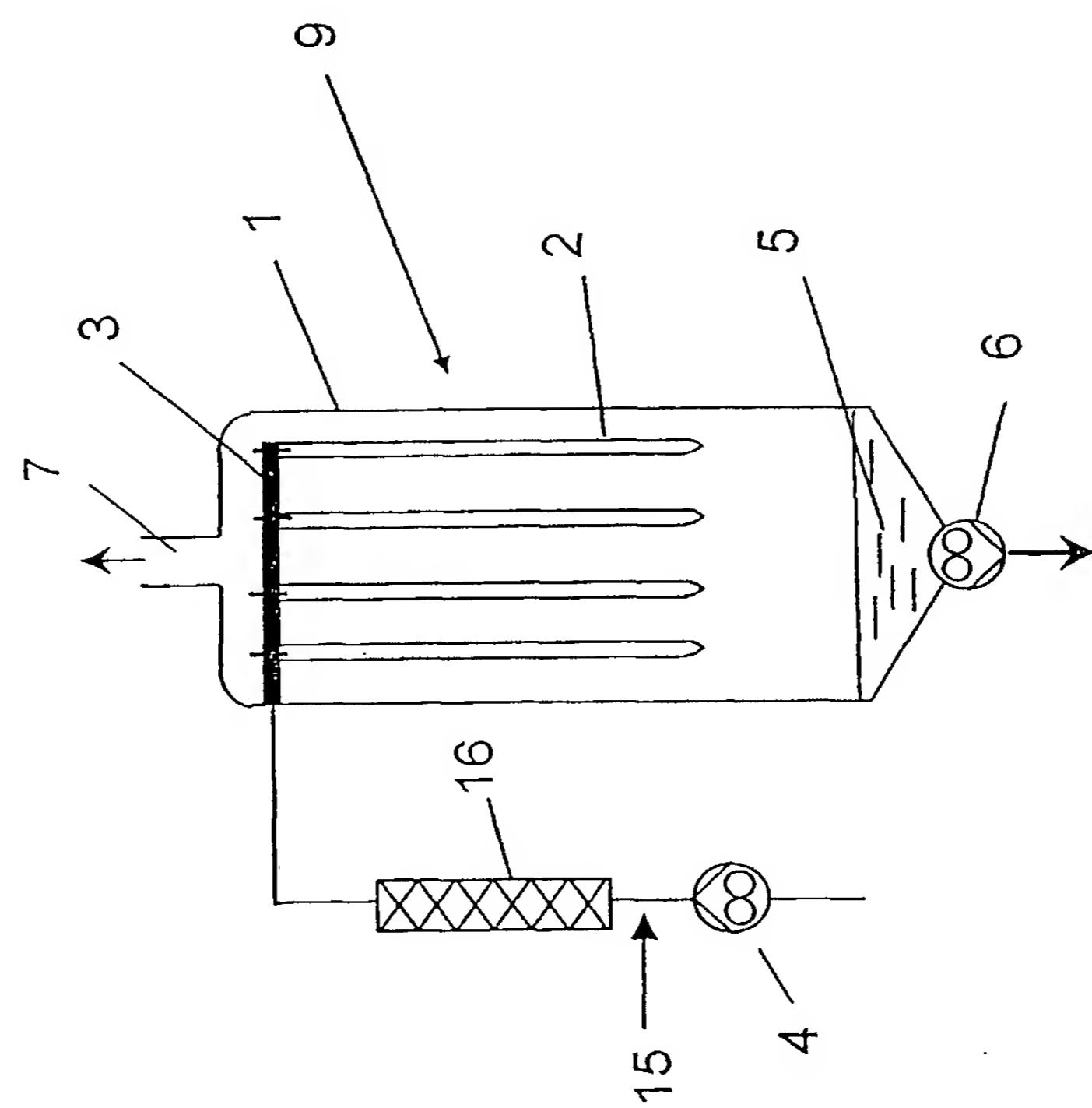


Fig. 1

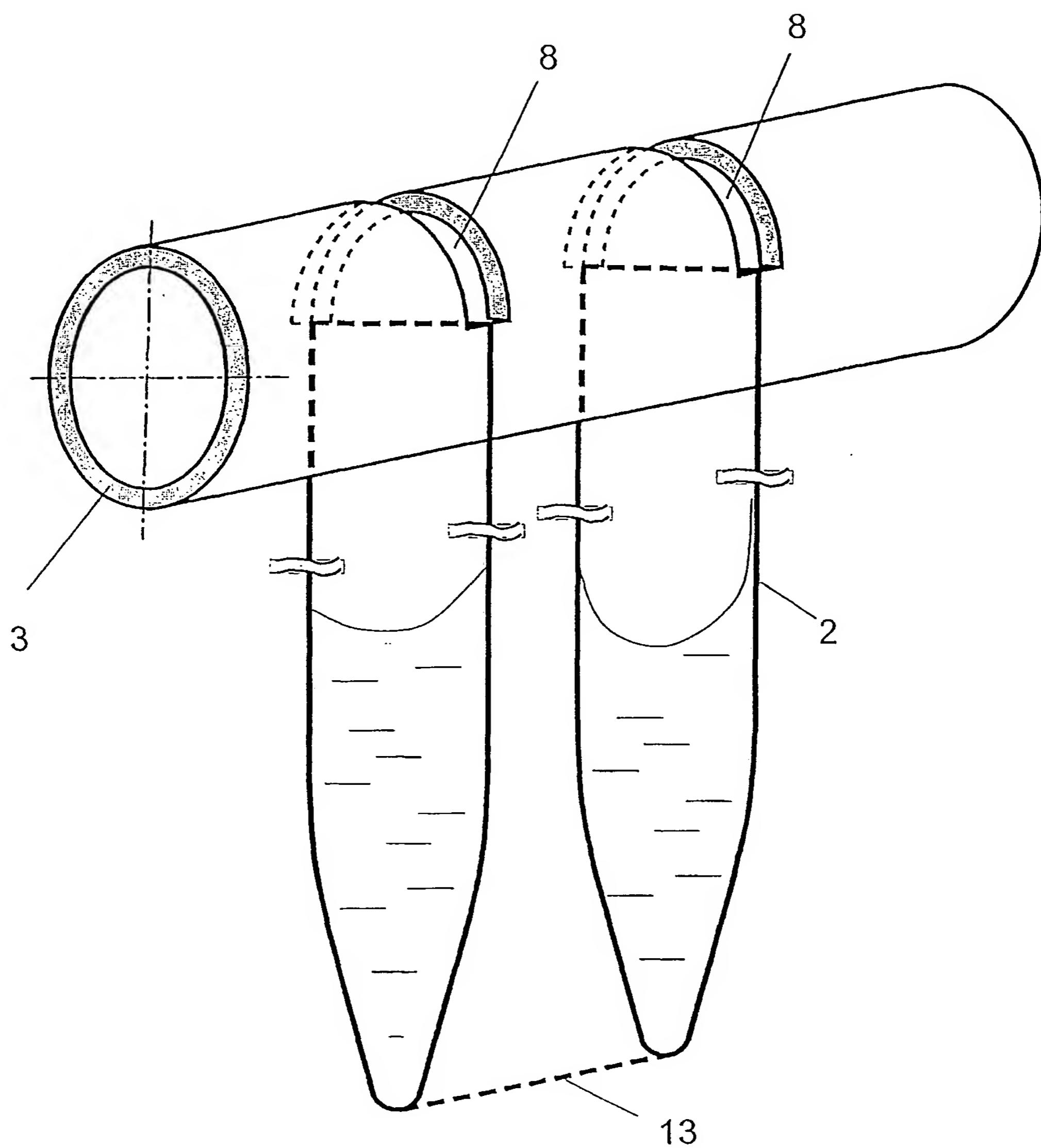


Fig. 2

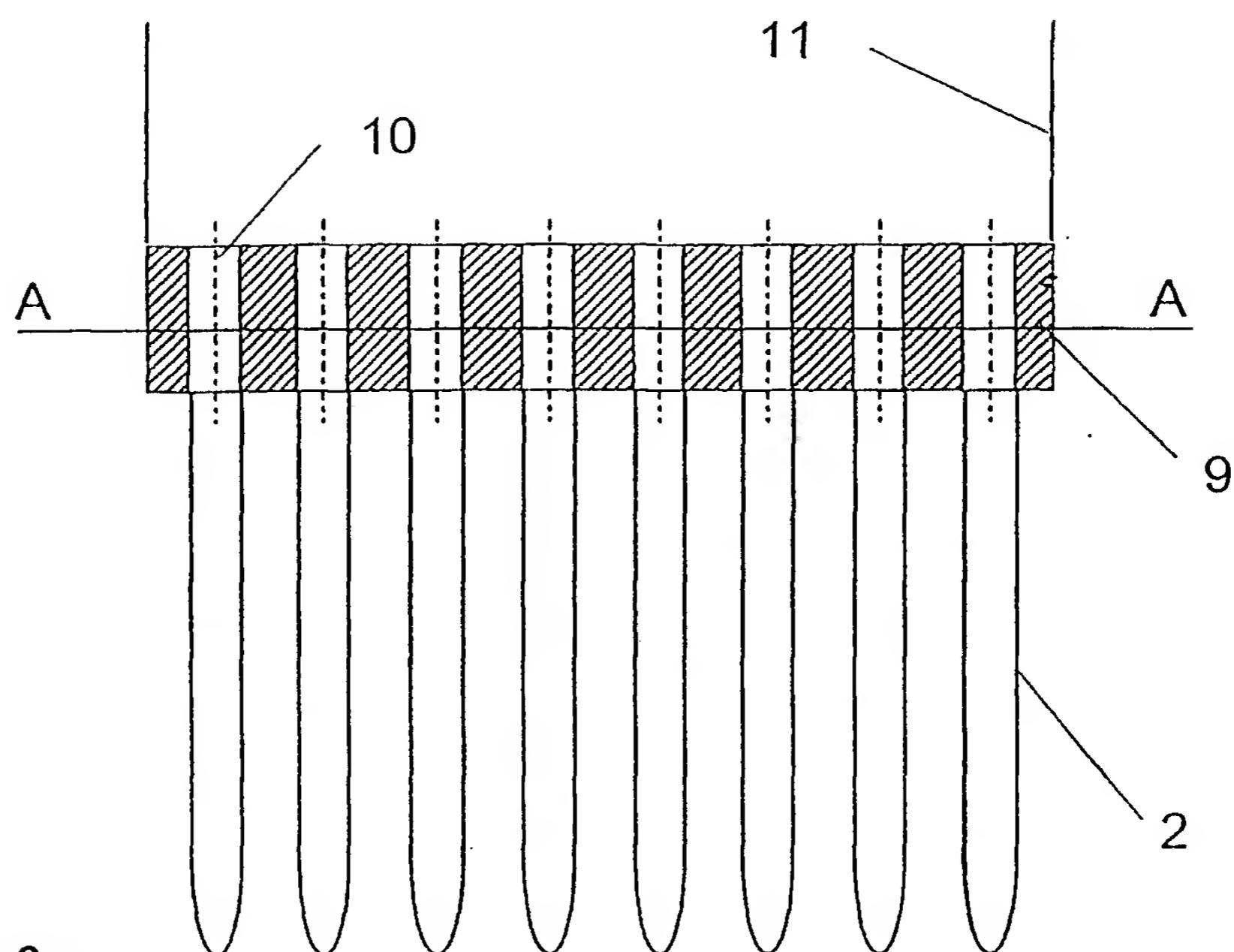


Fig. 3a

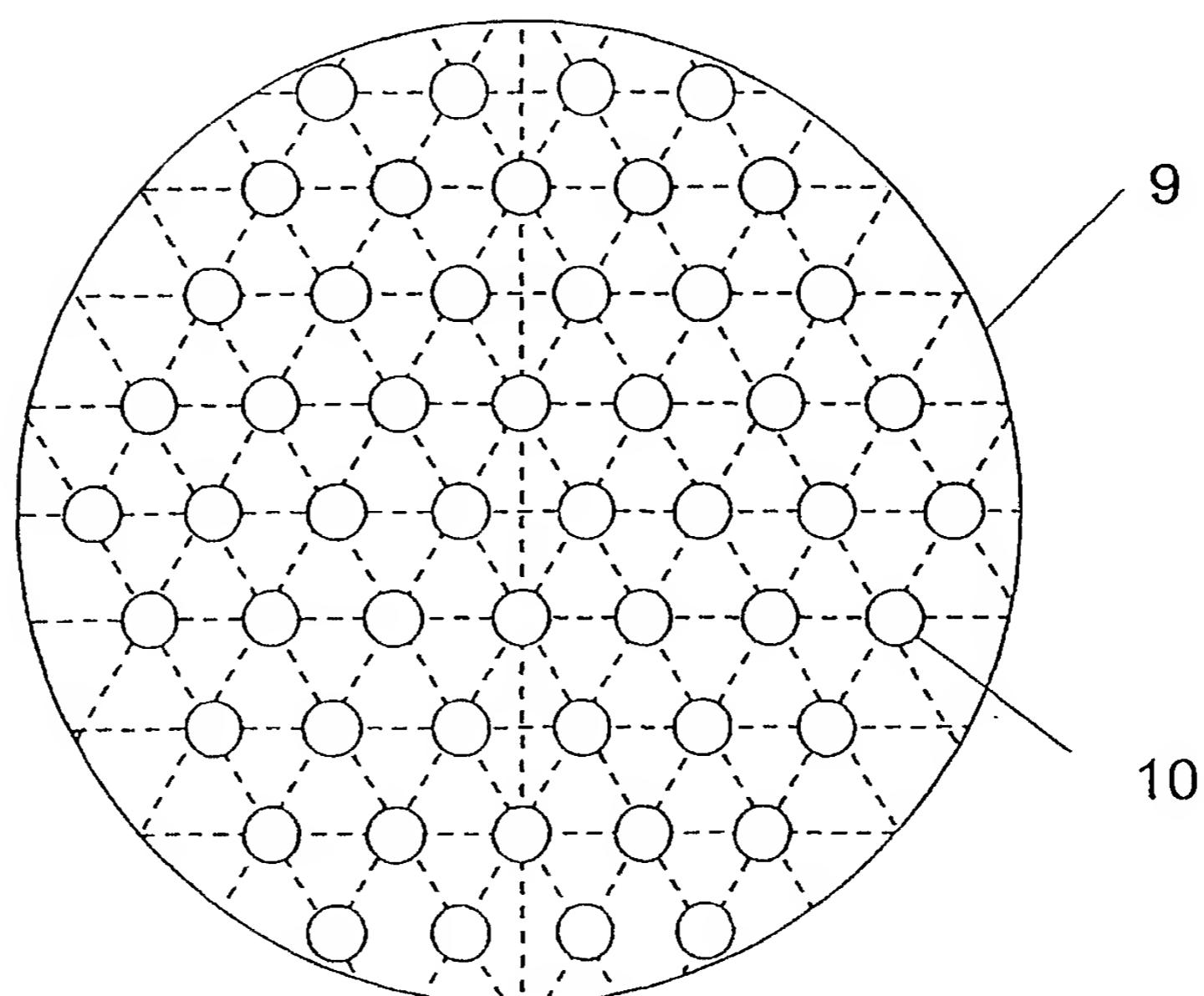


Fig. 3b

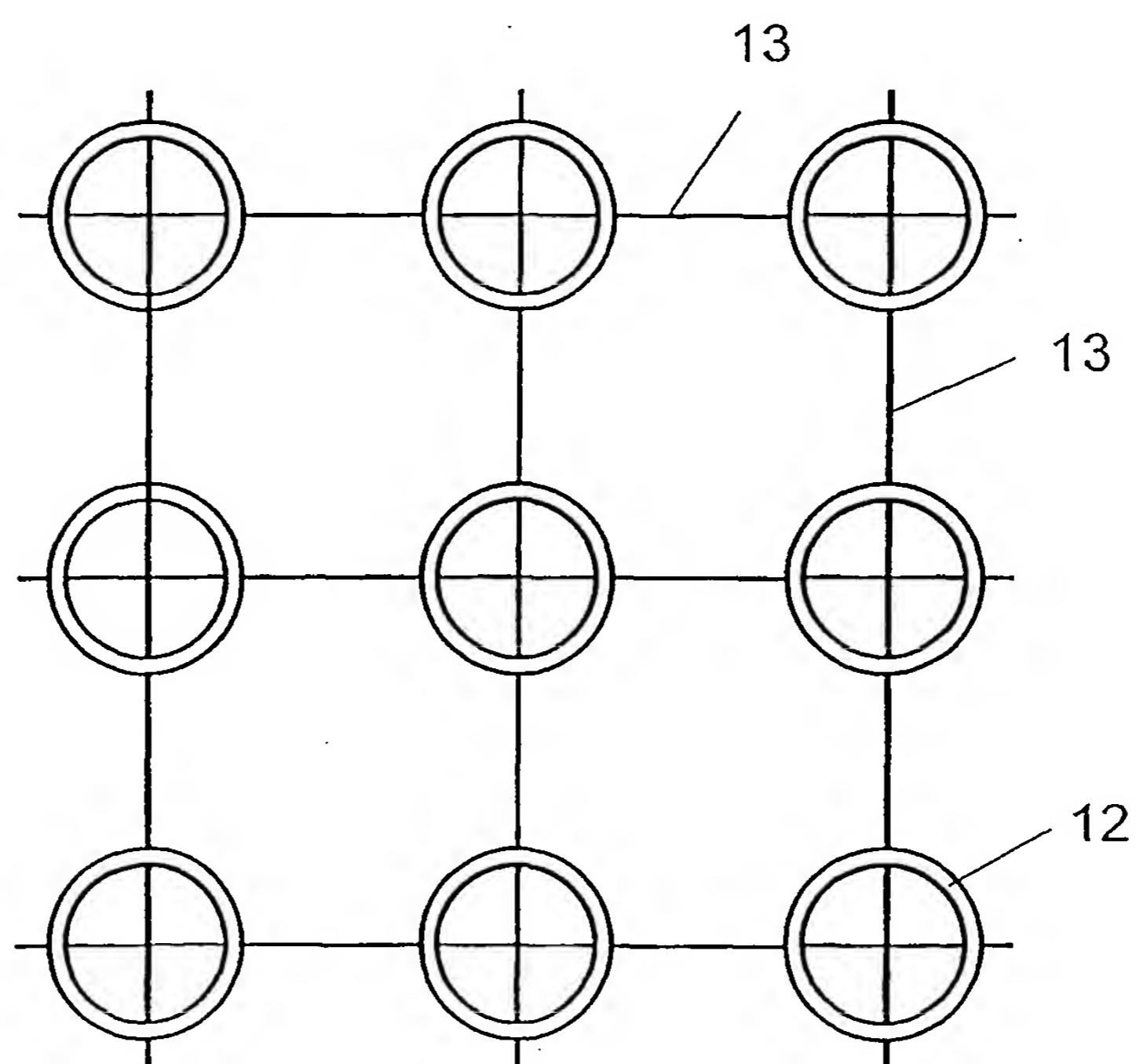
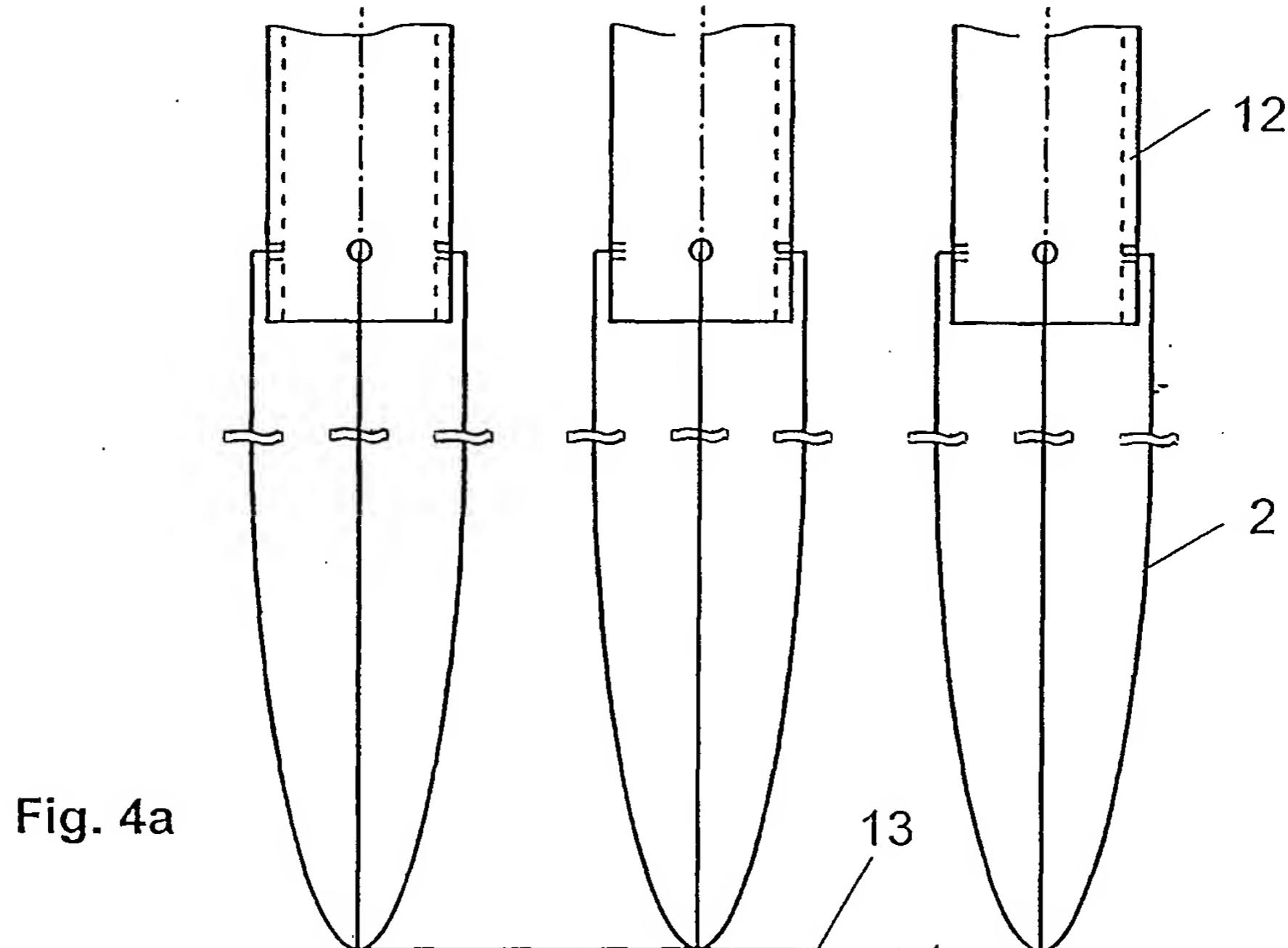
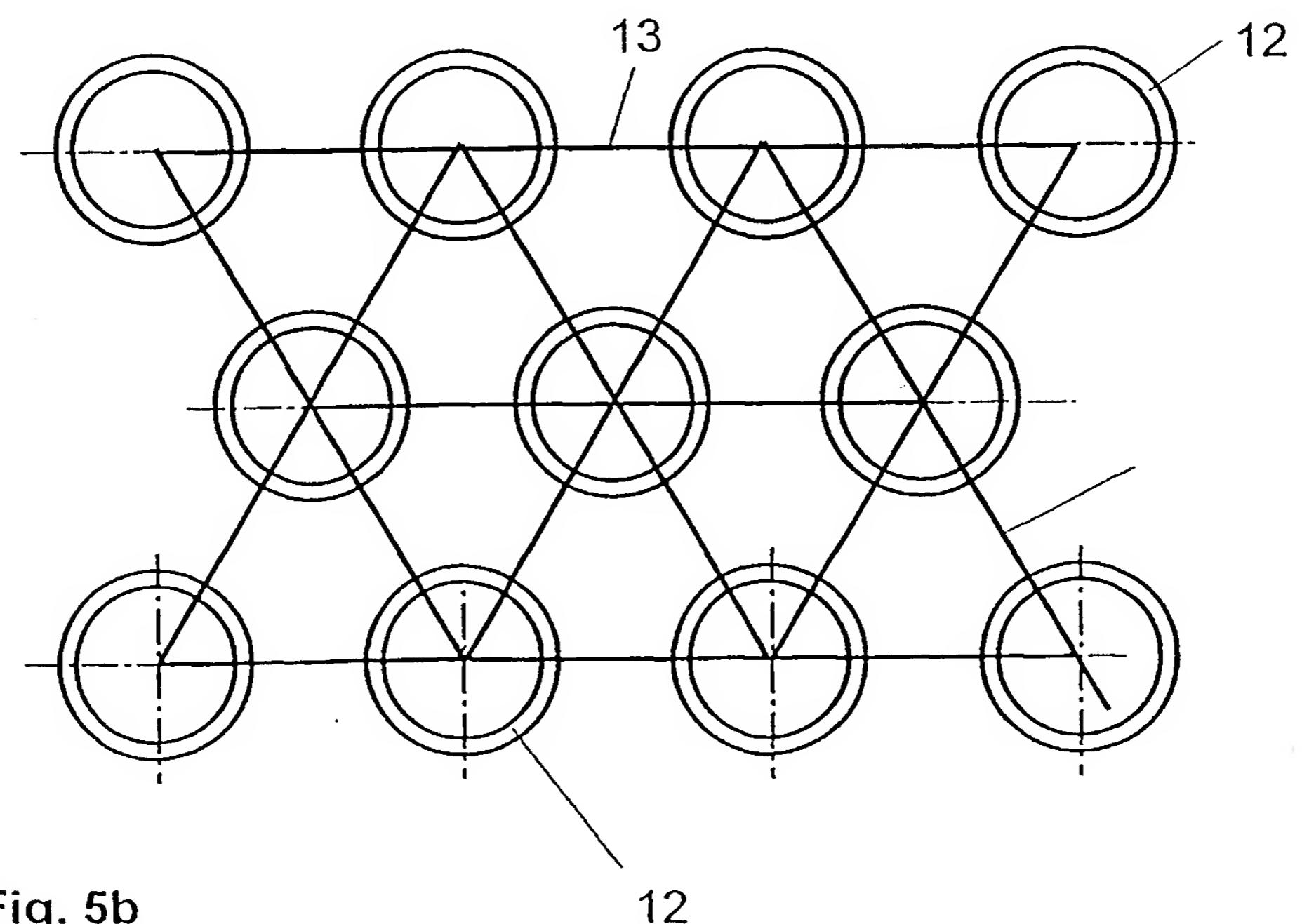
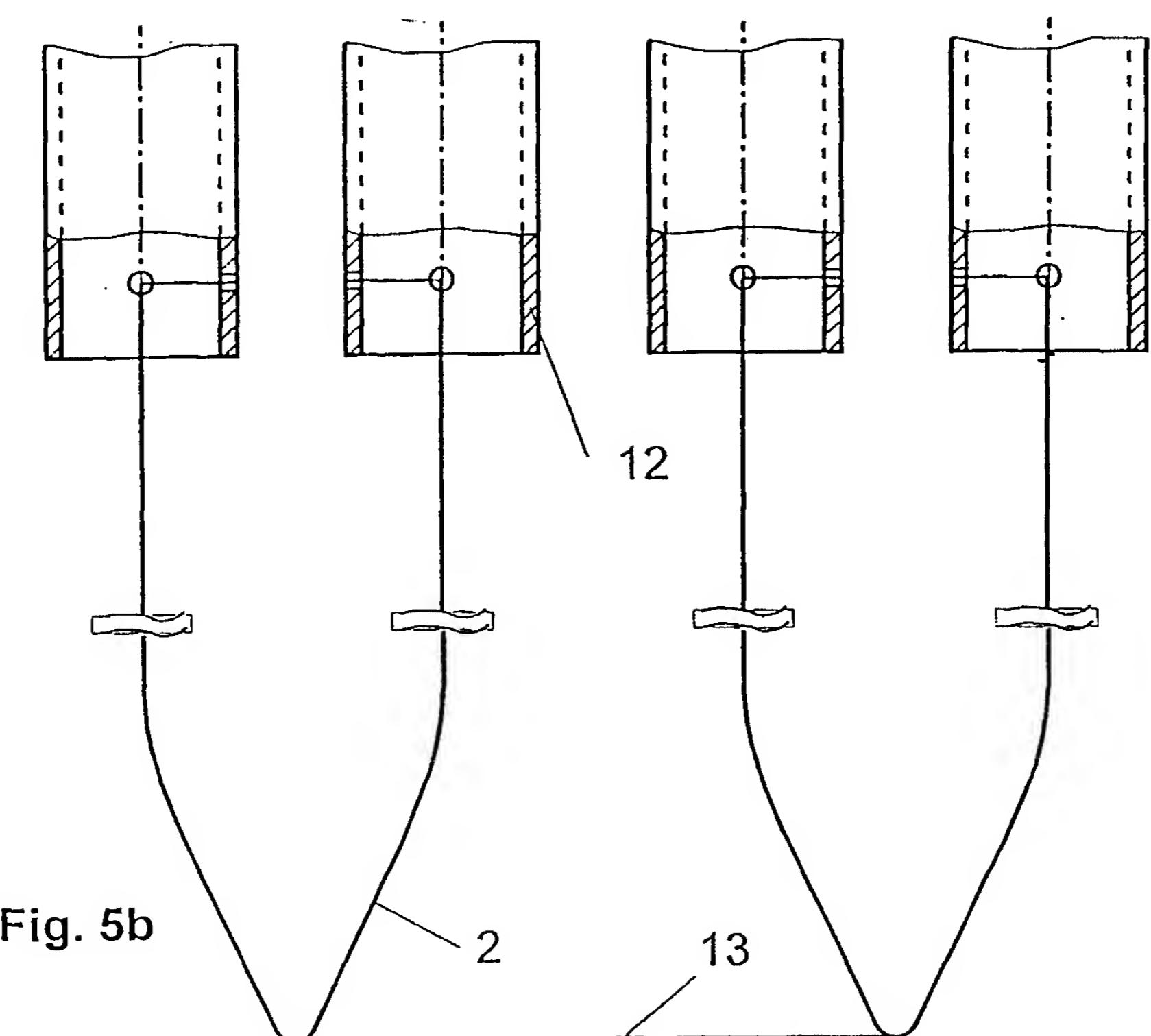


Fig. 4b



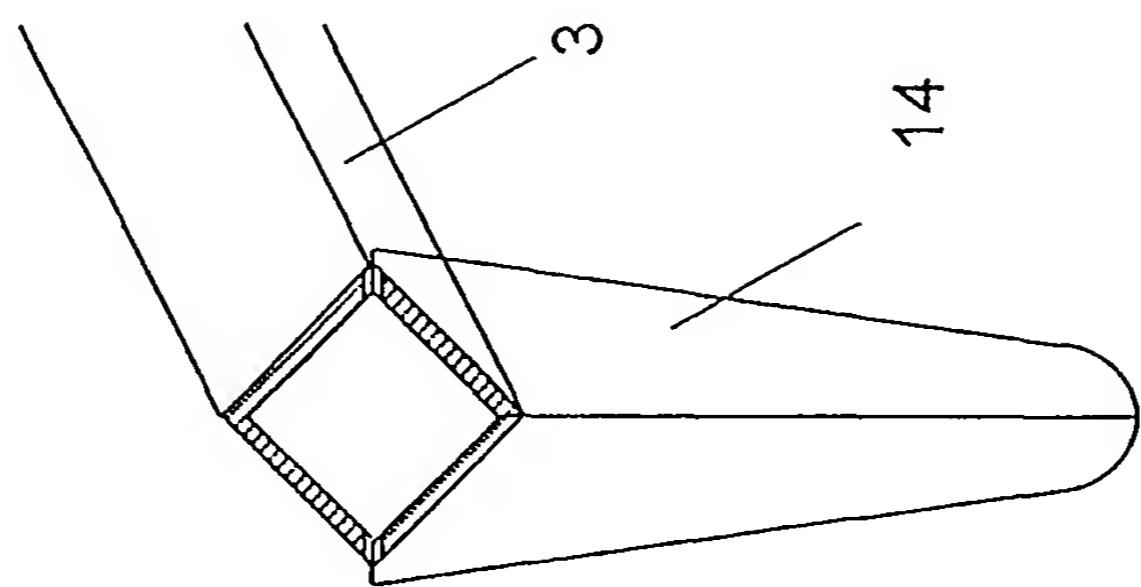


Fig. 6c

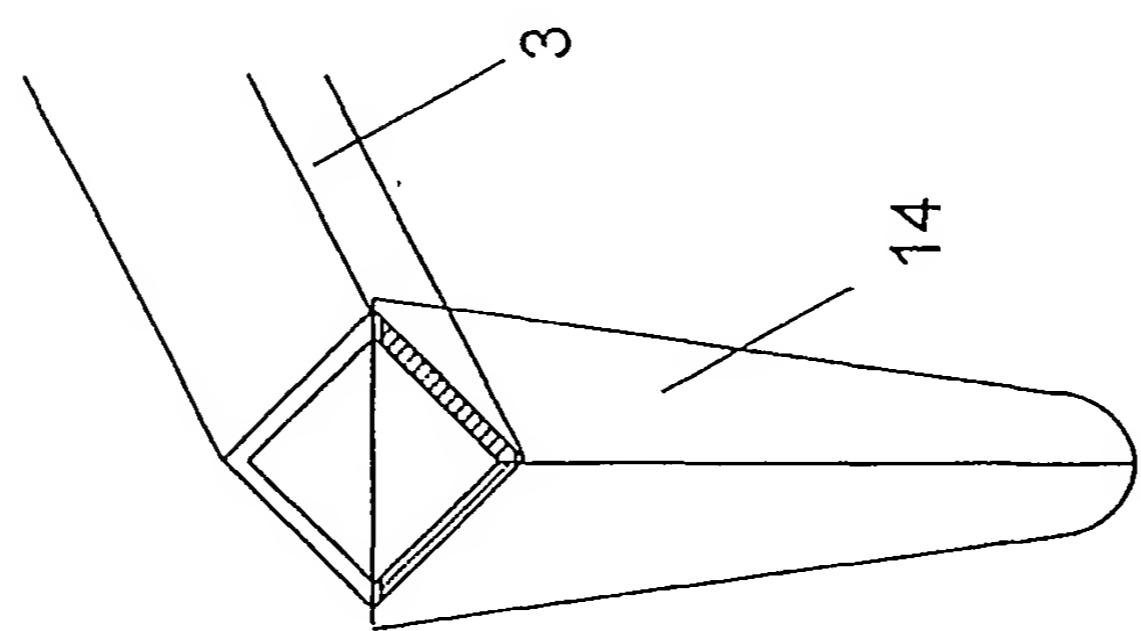


Fig. 6b

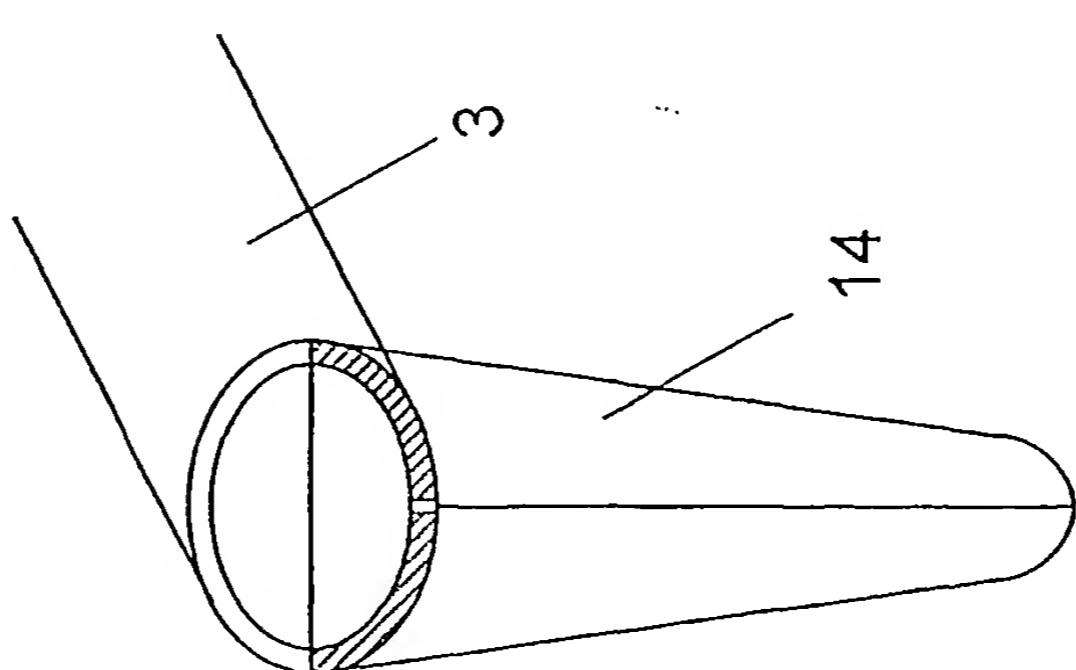


Fig. 6a

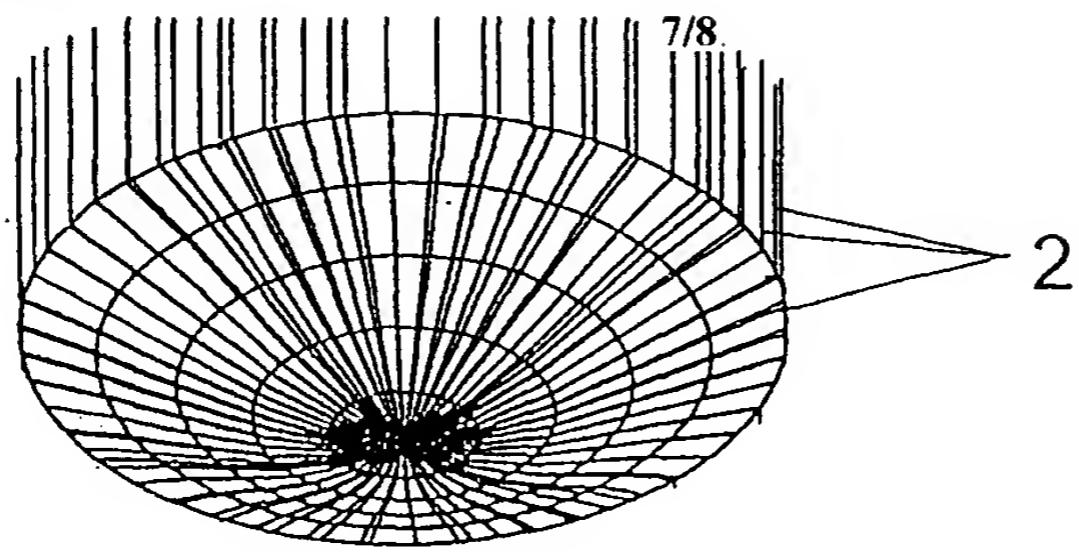


Fig. 7

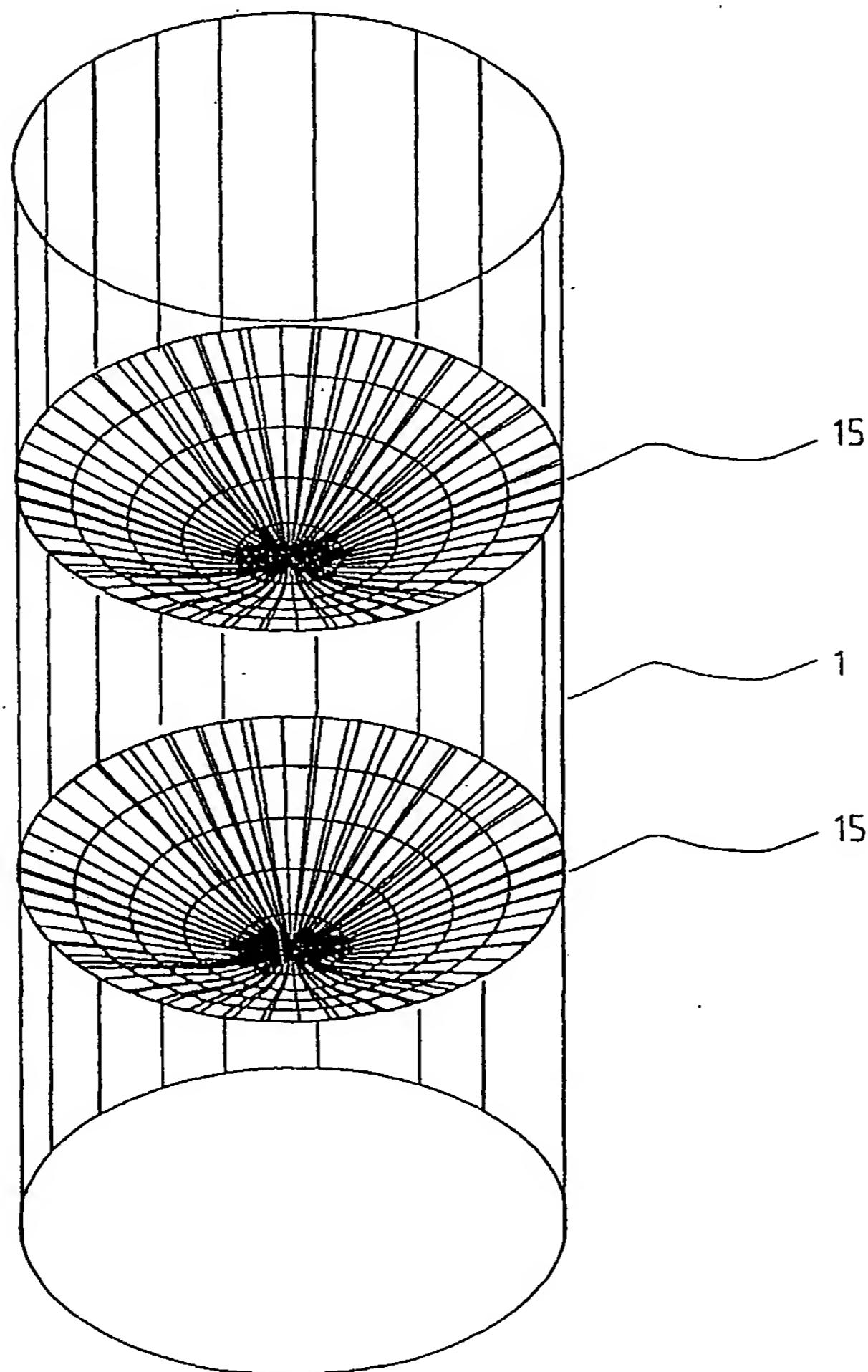


Fig. 8

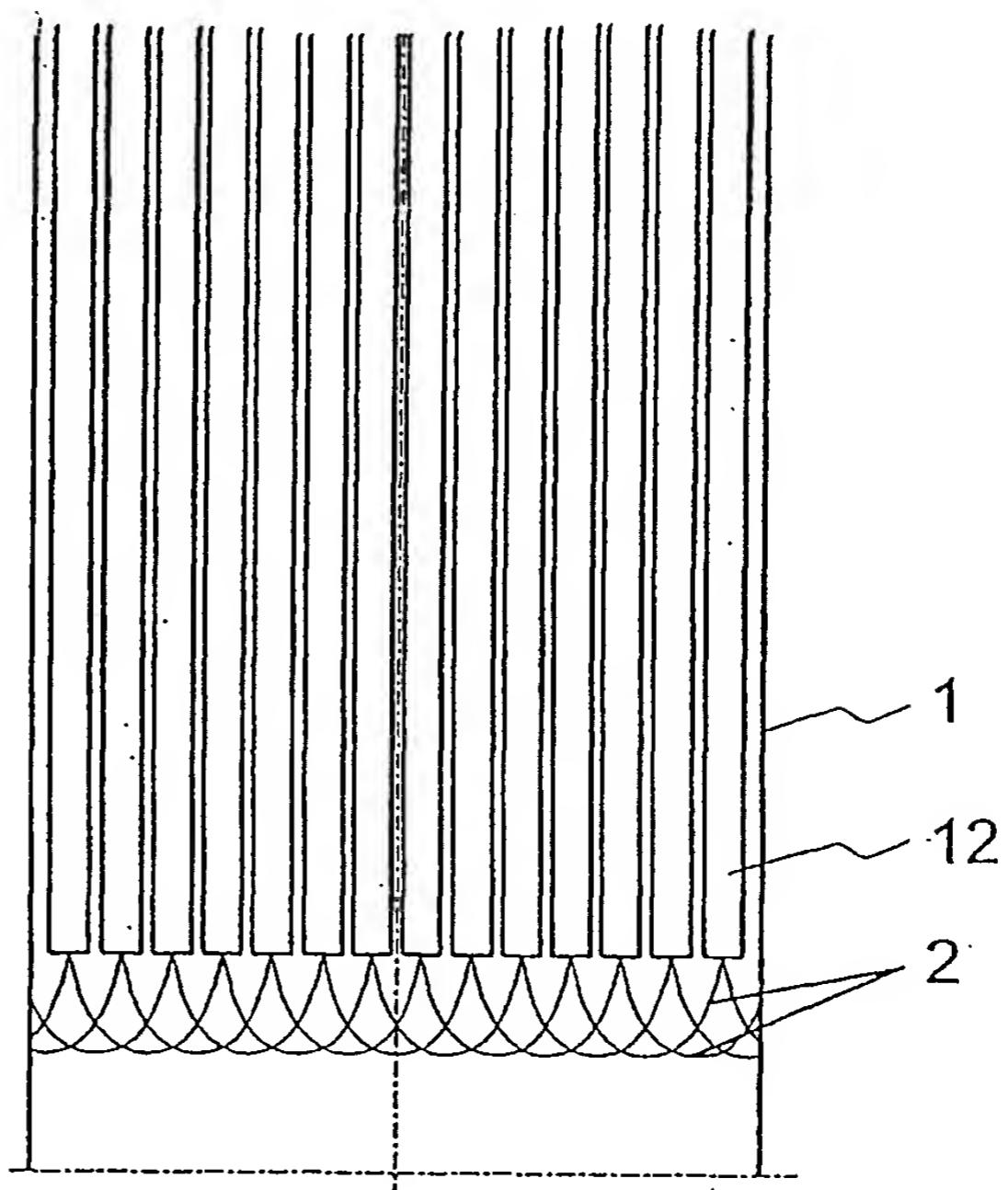


Fig. 9

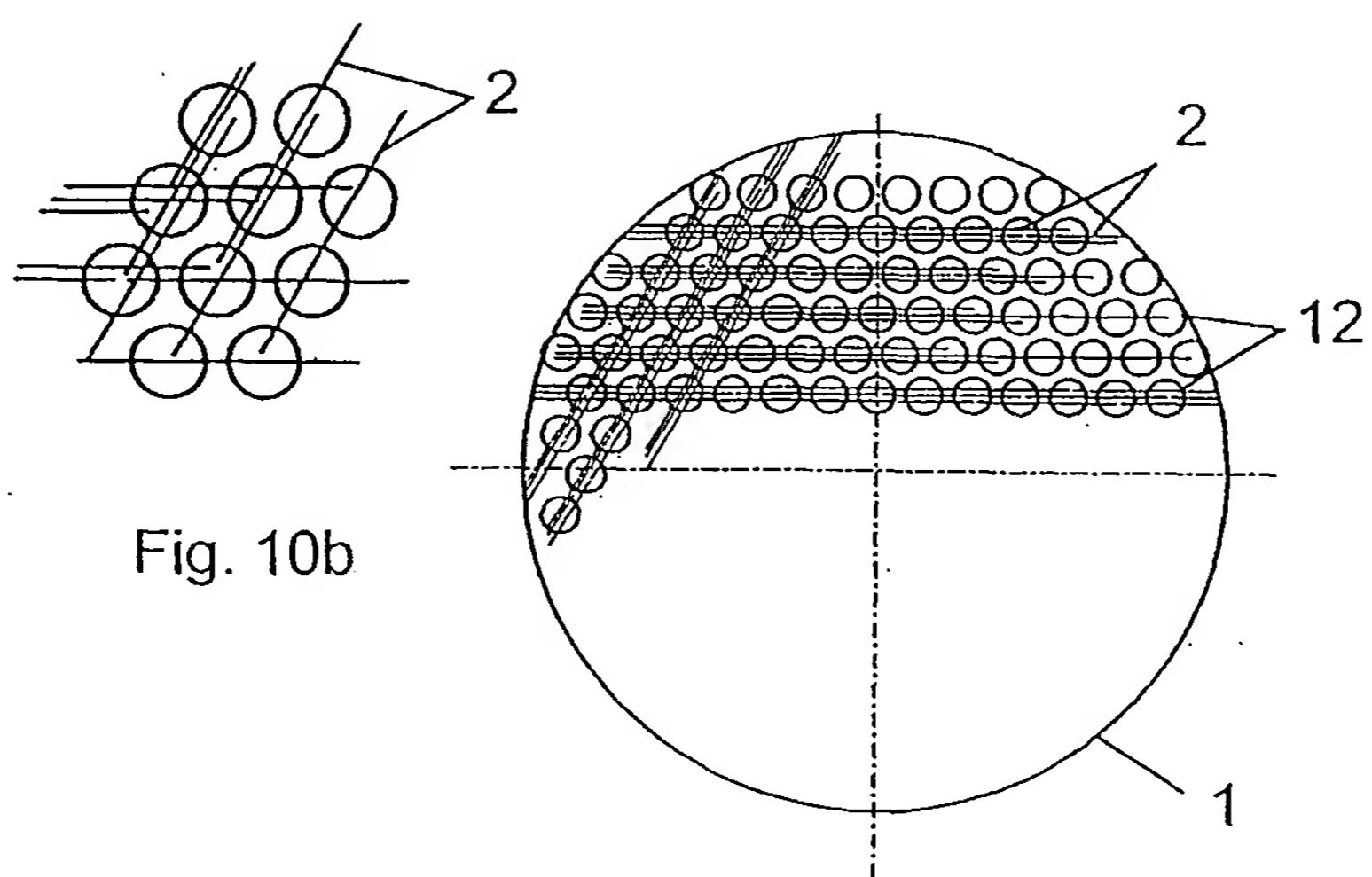


Fig. 10b

Fig. 10a

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/EP 01/14818

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER  
 IPC 7 B29B13/00 B01D3/00 B01J19/32

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)  
 IPC 7 B29B B01D C08F B01J

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the International search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	DE 22 43 024 A (LEIPZIG CHEMIEANLAGEN) 22 March 1973 (1973-03-22) das ganze Dokument ---	1,7-9, 15-17
A	CA 2 168 630 A (ASAHI CHEMICAL IND) 2 August 1997 (1997-08-02) cited in the application das ganze Dokument ---	1,17
A	EP 1 050 352 A (NAGAOKA TADAYOSHI) 8 November 2000 (2000-11-08) Zusammenfassung figure 5 ---	1,17
A	DE 22 06 230 A (MONTZ GMBH JULIUS) 23 August 1973 (1973-08-23) das ganze Dokument ---	1,3
		-/-

Further documents are listed in the continuation of box C.

Patent family members are listed in annex.

## \* Special categories of cited documents :

- \*A\* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- \*E\* earlier document but published on or after the international filing date
- \*L\* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- \*O\* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- \*P\* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

\*T\* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

\*X\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

\*Y\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

\*&\* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the International search

Date of mailing of the International search report

15 May 2002

03/06/2002

## Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
 NL - 2280 HV Rijswijk  
 Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl.  
 Fax: (+31-70) 340-3016

## Authorized officer

Fageot, P

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/EP 01/14818

## C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 2 490 080 A (MELVILL FRANCIS L) 6 December 1949 (1949-12-06) das ganze Dokument -----	1, 17

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

Information on patent family members

International Application No

PCT/EP 01/14818

Patent document cited in search report		Publication date		Patent family member(s)		Publication date
DE 2243024	A	22-03-1973	DD BG DE FR	98691 A1 18878 A3 2243024 A1 2152765 A1		12-07-1973 20-03-1975 22-03-1973 27-04-1973
CA 2168630	A	02-08-1997	CA	2168630 A1		02-08-1997
EP 1050352	A	08-11-2000	JP AU AU BR CA CN EP RU	2001009269 A 741562 B2 3014200 A 0002385 A 2306583 A1 1284399 A 1050352 A2 2176154 C1		16-01-2001 06-12-2001 16-11-2000 14-11-2000 27-10-2000 21-02-2001 08-11-2000 27-11-2001
DE 2206230	A	23-08-1973	DE	2206230 A1		23-08-1973
US 2490080	A	06-12-1949	NONE			

# INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 01/14818

A. KLASIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES  
IPK 7 B29B13/00 B01D3/00 B01J19/32

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

## B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierte Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)  
IPK 7 B29B B01D C08F B01J

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der Internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ

## C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	DE 22 43 024 A (LEIPZIG CHEMIEANLAGEN) 22. März 1973 (1973-03-22) das ganze Dokument ---	1,7-9, 15-17
A	CA 2 168 630 A (ASAHI CHEMICAL IND) 2. August 1997 (1997-08-02) in der Anmeldung erwähnt das ganze Dokument ---	1,17
A	EP 1 050 352 A (NAGAOKA TADAYOSHI) 8. November 2000 (2000-11-08) Zusammenfassung Abbildung 5 ---	1,17
A	DE 22 06 230 A (MONTZ GMBH JULIUS) 23. August 1973 (1973-08-23) das ganze Dokument ---	1,3 -/-

Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

Siehe Anhang Patentfamilie

- \* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :
- \*'A' Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist
- \*'E' älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist
- \*'L' Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)
- \*'O' Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht
- \*'P' Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist
- \*'T' Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist
- \*'X' Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erforderlicher Tätigkeit beruhend betrachtet werden
- \*'Y' Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erforderlicher Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist
- \*'g' Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der Internationalen Recherche

Absendedatum des Internationalen Recherchenberichts

15. Mai 2002

03/06/2002

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde  
Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Fageot, P

## INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 01/14818

## C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	US 2 490 080 A (MELVILL FRANCIS L) 6. Dezember 1949 (1949-12-06) das ganze Dokument -----	1,17

**INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT**

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 01/14818

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung		Mitglied(er) der Patentfamilie		Datum der Veröffentlichung
DE 2243024	A	22-03-1973	DD BG DE FR	98691 A1 18878 A3 2243024 A1 2152765 A1		12-07-1973 20-03-1975 22-03-1973 27-04-1973
CA 2168630	A	02-08-1997	CA	2168630 A1		02-08-1997
EP 1050352	A	08-11-2000	JP AU AU BR CA CN EP RU	2001009269 A 741562 B2 3014200 A 0002385 A 2306583 A1 1284399 A 1050352 A2 2176154 C1		16-01-2001 06-12-2001 16-11-2000 14-11-2000 27-10-2000 21-02-2001 08-11-2000 27-11-2001
DE 2206230	A	23-08-1973	DE	2206230 A1		23-08-1973
US 2490080	A	06-12-1949	KEINE			